



①9 BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENTAMT

⑫ **Off nlegungsschrift**  
⑩ **DE 41 04 513 A 1**

⑳ Aktenzeichen: P 41 04 513.0  
㉔ Anmeldetag: 14. 2. 91  
㉕ Offenlegungstag: 29. 8. 91

㉖ Int. Cl.<sup>5</sup>:  
**B 01 J 20/34**  
B 01 J 20/20  
B 01 J 20/28  
C 01 B 31/08  
B 01 D 53/02  
B 01 D 61/00  
B 01 D 69/00  
// C02F 1/28

DE 41 04 513 A 1

③0 Innere Priorität: ③2 ③3 ③1  
14.02.90 DE 40 04 533.1 27.12.90 DE 40 41 911.8

⑦1 Anmelder:  
Chmiel, Horst, Prof. Dr.-Ing.habil., 7250 Leonberg, DE

⑦4 Vertreter:  
Münich, W., Dipl.-Phys. Dr.rer.nat., Pat.-Anw.;  
Steinmann, O., Dr., Rechtsanwalt., 8000 München

⑦2 Erfinder:  
gleich Anmelder

⑤4 Verfahren zur Regeneration von Adsorbern

⑤7 Beschrieben wird ein Verfahren zur Regeneration von Adsorbern, bei dem das adsorbierende Material elektrisch leitfähig ist und mittels elektrischem Strom auf eine Temperatur erwärmt wird, bei der das adsorbierte Material ausgetrieben wird.  
Das erfindungsgemäße Verfahren zeichnet sich dadurch aus, daß als adsorbierendes elektrisch leitfähiges Material gepreßte oder faserförmige Aktivkohle verwendet wird, und daß der Stromdurchgang derart erfolgt, daß das Material im gesamten Volumen gleichmäßig erwärmt wird.

DE 4104513 A1

Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zur Regeneration von Adsorbentien, bei dem das adsorbierende Material (Adsorbens) auf eine Temperatur erwärmt wird, bei der das adsorbierte Material ausgetrieben, d. h. desorbiert wird.

Adsorbentien haben in den letzten Jahren zunehmend Anwendung u. a. bei der Entfernung von Schadstoffen aus Wasser oder Luft gefunden. Beispielsweise können chlorierte Kohlenwasserstoffe (CKW) auch in geringen Konzentrationen aus Fluidströmen, wie Gas- oder Wasserströmen, mittels Adsorbentien entfernt werden. Eine typische Anwendung ist dabei die Altlastsanierung CKW-kontaminierter Böden durch Absaugen mit integrierter Adsorption der Schadstoffe. Als Adsorbens findet dabei häufig Aktivkohle Verwendung.

Da die Adsorptionsfähigkeit aufgrund der "Besetzung" der Adsorbentienplätze nach einiger nachläßt, ist es erforderlich, das adsorbierende Material durch Austreiben des adsorbierenden Materials zu regenerieren. Diese Regeneration bereitet jedoch häufig Probleme:

Gegenwärtig wird am häufigsten das sogenannte Verdrängungsverfahren mittels Wasserdampf verwendet; bei diesem Verfahren gelingt die Regeneration beispielsweise von Aktivkohle nur partiell, so daß das adsorbierende Material nach mehreren Regenerationszyklen in seiner Leistungsfähigkeit soweit nachgelassen hat, daß es mit großem Aufwand entsorgt werden muß.

W. Kast schlägt deshalb in seinem Buch "Adsorption aus der Gasphase" (Verlag VCH Weinheim, 1988) die thermische Regeneration bzw. die Kombination thermischer Regeneration und des Verdrängungsverfahrens vor. Zur Durchführung dieses Regenerationsverfahrens muß die Aktivkohle jedoch über einem Wärmetauscher erhitzt werden. Dies bedeutet in den meisten Fällen, daß die Aktivkohle vor der Regeneration aus der Adsorptionsvorrichtung entfernt werden muß, da wegen ihres schlechten Wärmeübergangs ein Beheizen der Adsorbentien von außen unwirtschaftlich ist.

Ferner sind aus der DE 29 53 672 A1 ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Regeneration von Aktivkohle bekannt, bei dem durch eine pulsierende Spannung ein Lichtbogen erzeugt wird, der den adsorbierten Stoff freisetzt. Die Verwendung von Lichtbögen führt jedoch zu einem starken Abbrand und damit zu einem schnellen Verbrauch bzw. Verschleiß des Adsorbentien.

Weiterhin ist aus der US-PS 42 61 857 ein Verfahren bekannt, bei dem verbrauchte Aktivkohle in einen luftdicht verschlossenen Ofen mit mehreren in vertikaler Richtung in Abständen angebrachten Elektroden eingefüllt wird. Über die Elektroden wird ein elektrischer Strom geleitet, der die Aktivkohle erhitzt, so daß die adsorbierten Stoffe freigesetzt werden.

Bei diesem und auch bei dem aus der US-PS 42 61 857 bekannten Verfahren muß die Aktivkohle in "Partikelform" vorliegen. Die Verwendung pulver- bzw. granulatförmiger Aktivkohle hat jedoch den Nachteil, daß sowohl der elektrische als auch der Wärmeleitungs-Widerstand hoch ist, so daß die Regenerations-Effizienz gering ist. Zudem bilden sich bei der elektrischen Beheizung von partikelförmiger, wirbelförmiger Aktivkohle wegen der ungleichmäßigen Schüttung Wärmenester aus, die bei der anschließenden Wiederverwendung als Adsorbentien zur Selbstzündung führen können.

Darüberhinaus ist es bei den bekannten Verfahren und Vorrichtungen, bei denen eine elektrische Beheizung der Aktivkohle erfolgt, erforderlich, zur Regenera-

tion die Aktivkohle aus der eigentlichen Adsorptions-Vorrichtung zu entnehmen.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zur Regeneration von aus Aktivkohle bestehenden Adsorbentien anzugeben, das ohne Entfernen des adsorbierenden Materials aus der Adsorptionsvorrichtung durchgeführt werden kann, und das eine hohe Regenerations-Effizienz aufweist, ohne daß sich Wärmenester etc. bilden können.

Eine erfindungsgemäße Lösung dieser Aufgabe ist im Anspruch 1 angegeben. Weiterbildungen der Erfindung sind Gegenstand der abhängigen Ansprüche.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß von einem Verfahren zur Regeneration von Adsorbentien ausgegangen wird, bei dem das adsorbierende Material (Aktivkohle) auf eine Temperatur erwärmt wird, bei der das adsorbierte Material ausgetrieben, d. h. desorbiert wird.

Erfindungsgemäß wird als adsorbierendes Material ein elektrisch leitfähiges Material verwendet, bei dem die Aktivkohle dadurch gleichmäßig elektrisch leitfähig gemacht wird, daß sie beispielsweise als Rohr gepreßt und gesintert ist, wobei bei entsprechender Präparierung eine ausreichende elektrische Leitfähigkeit aufrechterhalten wird. Zur Erwärmung des elektrisch leitfähigen adsorbierenden Materials wird dieses durch Stromdurchgang erwärmt, daß das adsorbierte Material ausgetrieben wird.

Die Erwärmung kann dabei durch direkten Stromdurchgang (Anspruch 3) erfolgen. Hierzu werden geeignete Elektroden vorgesehen, an die eine Gleich- oder Wechselspannung angelegt wird.

Weiterhin ist es auch möglich, das elektrisch leitende adsorbierende Material induktiv mit einer bekannten Induktions-Heizvorrichtung zu erwärmen (Anspruch 4).

Darüberhinaus ist es aber auch möglich, anstelle oder zusätzlich zur Erwärmung durch Stromdurchgang die Erwärmung des adsorbierenden Materials durch eine Mikrowellenheizung auszuführen, durch die das Material ebenfalls im gesamten Volumen gleichmäßig erwärmt wird (Anspruch 5).

In jedem Falle kann die Regeneration des adsorbierenden Materials sowohl in der eigentlichen Adsorptionsvorrichtung als auch außerhalb der Adsorptionsvorrichtung erfolgen. Bei einer (in der Regel bevorzugten) Regeneration des adsorbierenden Materials in der Adsorptionsvorrichtung ist selbstverständlich sicherzustellen, daß die desorbierten Schadstoffe in geeigneter Weise aufgefangen werden.

Das erfindungsgemäße Verfahren, bei dem eine Erwärmung des adsorbierenden Materials durch Stromdurchgang und/oder Mikrowellenheizung erfolgt, kann unabhängig von der Zustandsform des Adsorbentien angewendet werden: so ist es möglich, als Adsorbentien Hohlfasern bzw. hohle Säulen, durch die das mit Schadstoffen beladene Medium strömt, oder mattenförmige Gebilde zu verwenden.

Im Falle der Verwendung von Aktivkohle als adsorbierendes Material kann die Aktivkohle in der gewünschten geometrischen Form leicht durch Verkoken von entsprechenden Gebilden hergestellt werden. Als Ausgangsmaterial können z. B. Preßlinge aus Kohle, extrudiertes Pech oder beliebige Polymere wie Nylon, Polyamide, Zellulose etc. verwendet werden, die in der gewünschten Form vorliegen und die unter Luftabschluß auf die Verkokungstemperatur erwärmt werden. Bei Erreichen eines bestimmten Verkokungsgrades ergibt sich eine elektrische Leitfähigkeit, die ein ausrei-

chendes Aufheizen von Adsorbern mit üblichen Spannungen erlaubt.

In jedem Falle ist es jedoch von Vorteil, wenn die während der Regenerationsphase desorbierten Schadstoffe durch einen Trägergasstrom ausgetragen werden. Der Trägergasstrom kann beispielsweise ein Inertgas (Anspruch 8) oder Wasserdampf (Anspruch 7) sein. Bei der Verwendung von Wasserdampf als Trägergas werden einerseits die thermische Regeneration und die Verdrängungsregeneration miteinander kombiniert und andererseits die Schadstoffe durch Kondensation besonders einfach abgeschieden. Durch die direkte Heizung wird jedoch die Bildung von Wasserdampfkondensat in den Poren des adsorbierenden Materials verhindert, die bei den bekannten Verdrängungs-Regenerationsverfahren die Diffusion der desorbierenden Schadstoffmoleküle behindert, und so die Regeneration nach wenigen Zyklen zum Erliegen bringt.

Die Erfindung wird nachstehend anhand unter Bezugnahme auf die Zeichnung näher beschrieben, in der zeigen:

Fig. 1 bis 4 verschiedene Ausführungsbeispiele der Erfindung.

Die Fig. 1 bis 4 zeigen Adsorber-Vorrichtungen, die erfindungsgemäß derart gestaltet sind, daß sie eine "in-situ" Regeneration des adsorbierenden Materials ermöglichen. Hierzu liegt das adsorbierende Material in Form hohler Röhre 2 vor, die z. B. durch einen Preß- oder Sintervorgang hergestellt worden sind.

Um eine Erwärmung des adsorbierenden Materials beispielsweise durch direkten Stromdurchgang zu ermöglichen, sind bei den gezeigten Ausführungsbeispielen geeignete Elektroden 1' und 1'' vorgesehen, an die eine Gleich- oder Wechselspannung angelegt wird. Weiterhin ist es auch möglich, das elektrisch leitende adsorbierende Material 2 induktiv mit einer bekannten Induktions-Heizvorrichtung zu erwärmen.

Fig. 1 zeigt den prinzipiellen Aufbau einer Vorrichtung, bei der Röhre 2 als adsorbierendes Material verwendet werden, während Fig. 2 eine Möglichkeit der Kontaktierung der Röhre 2 durch die Elektroden 1' zeigt: Durch die Beaufschlagung der Elektrode 1' mittels einer Feder 3 in Richtung auf die Röhre 2 ergibt sich ein besonders geringer Kontaktwiderstand.

Fig. 3 zeigt ein Ausführungsbeispiel, bei dem das adsorbierende Material in Form von Aktivkohle-Kapillaren 2' vorliegt, in die beispielsweise lösungsmittelbeladene Luft eintritt, die dann als lösungsmittelfreie Luft austritt. Die Kapillaren 2' sind mittels eines leitfähigen Klebers 4 mit einem aus Al, Cu oder VA bestehenden Metallring 5 verbunden, der als Elektrode dient.

In jedem Falle kann die Regeneration des adsorbierenden Materials 2 sowohl in der eigentlichen Adsorptionsvorrichtung als auch außerhalb der Adsorptionsvorrichtung erfolgen. Bei einer Regeneration des adsorbierenden Materials in der Adsorptionsvorrichtung ist selbstverständlich sicherzustellen, daß die desorbierten Schadstoffe in geeigneter Weise aufgefangen werden.

Dies kann unmittelbar durch Anlegen eines Vakuums mit anschließender Kühlfalle oder durch Zwischenschalten einer lösungsmittelselektiven Membran gemäß Fig. 4 erfolgen, die bei dem gezeigten Ausführungsbeispiel ein lösemittelselektiver Polymerfilm 6 ist, der direkt auf das aus Aktivkohle bestehende Rohr 2 aufgetragen ist.

Die gezeigten Ausführungsbeispiele können leicht beispielsweise dadurch hergestellt werden, daß ein in der gewünschten geometrischen Form vorliegendes

Material verkocht wird. Als Ausgangsmaterial können z. B. Preßlinge aus Kohle, extrudiertes Pech oder beliebige Polymere wie Nylon, Polyamide, Zellulose etc. verwendet werden, die in der gewünschten Form vorliegen und die unter Luftabschluß auf die Verkokungstemperatur erwärmt werden. Bei Erreichen eines bestimmten Verkokungsgrades ergibt sich eine elektrische Leitfähigkeit, die ein ausreichendes Aufheizen von Adsorbern mit üblichen Spannungen erlaubt.

Unter Umständen ist es von Vorteil, wenn die während der Regenerationsphase desorbierten Schadstoffe durch einen Trägergasstrom ausgetragen werden. Der Trägergasstrom kann beispielsweise ein Inertgas oder Wasserdampf sein. Bei der Verwendung von Wasserdampf als Trägergas werden einerseits die thermische Regeneration und die Verdrängungsregeneration miteinander kombiniert und andererseits die Schadstoffe durch Kondensation besonders einfach abgeschieden. Durch die direkte Heizung wird jedoch die Bildung von Wasserdampfkondensat in den Poren des adsorbierenden Materials verhindert, die bei den bekannten Verdrängungs-Regenerationsverfahren die Diffusion der desorbierenden Schadstoffmoleküle behindert, und so die Regeneration nach wenigen Zyklen zum Erliegen bringt.

Bei der Realisierung des erfindungsgemäßen Verfahrens ist es weiterhin von Vorteil, wenn zwei oder mehr Adsorbersäulen verwendet werden, deren adsorbierendes Material elektrisch leitfähig ist. Durch die Verwendung von mindestens zwei Adsorbersäulen kann die Vorrichtung durch einfaches Umschalten einer bzw. mehrerer Säulen wechselseitig beladen und regeneriert werden, so daß ein kontinuierlicher Betrieb der Adsorptionsvorrichtung ohne Wechseln des Adsorbens möglich ist.

#### Patentansprüche

1. Verfahren zur Regeneration von Adsorbern, bei dem das adsorbierende Material elektrisch leitfähig ist und mittels elektrischem Strom auf eine Temperatur erwärmt wird, bei der das adsorbierte Material ausgetrieben wird, dadurch gekennzeichnet, daß als adsorbierendes elektrisch leitfähiges Material gepreßte oder faserförmige Aktivkohle verwendet wird, und daß der Stromdurchgang derart erfolgt, daß das Material im gesamten Volumen gleichmäßig erwärmt wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß als adsorbierendes Material Aktivkohle verwendet wird, die durch Sintern gleichmäßig elektrisch leitfähig gemacht wird.
3. Verfahren nach Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß das adsorbierende Material durch direkten Stromdurchgang erwärmt wird.
4. Verfahren nach Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß das adsorbierende Material induktiv mit einer Induktionsheizung erwärmt wird.
5. Verfahren zur Regeneration von Adsorbern, bei dem das adsorbierende Material auf eine Temperatur erwärmt wird, bei der das adsorbierte Material ausgetrieben wird, dadurch gekennzeichnet, daß als adsorbierendes Material gepreßte oder faserförmige Aktivkohle verwendet wird, und daß die Erwärmung durch eine Mikrowellenheizung derart erfolgt, daß das Material im gesamten Volumen gleichmäßig erwärmt wird.
6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5,

dadurch gekennzeichnet, daß die Regeneration in der Adsorber-Vorrichtung erfolgt.

7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß Wasserdampf als Spülgas verwendet wird.

8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß ein Inertgas als Spülgas verwendet wird.

9. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß wenigstens zwei Adsorbersäulen verwendet werden, die abwechselnd mit dem schadstoffbeladenen Fluid beaufschlagt bzw. regeneriert werden.

10. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß das adsorbierende Material in Form von Rohren oder Hohl-Fasern vorliegt, durch die das schadstoffbeladene Fluid strömt.

11. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß das adsorbierende Material in Form von Matten vorliegt, durch die das schadstoffbeladene Fluid strömt.

12. Vorrichtung nach Anspruch 10 oder 11, dadurch gekennzeichnet, daß eine lösungsmittelselektive Membran vorgesehen ist, in der sich das desorbierte Lösungsmittel bevorzugt löst.

Hierzu 4 Seite(n) Zeichnungen

30

35

40

45

50

55

60

65

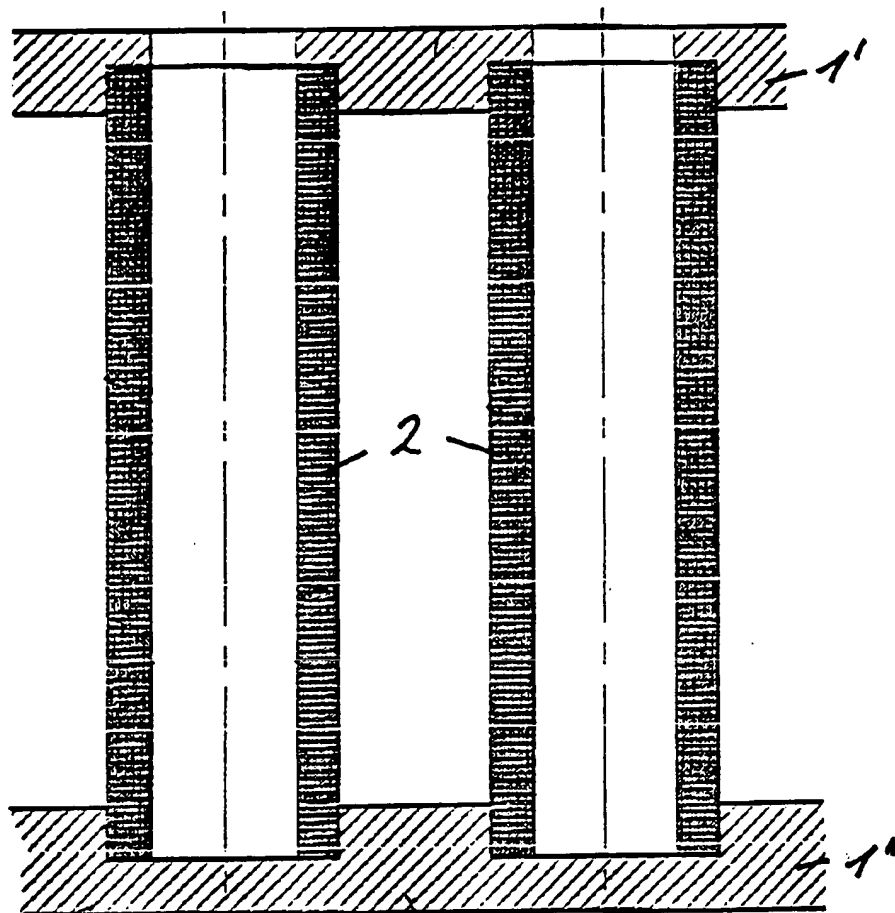


Fig. 1

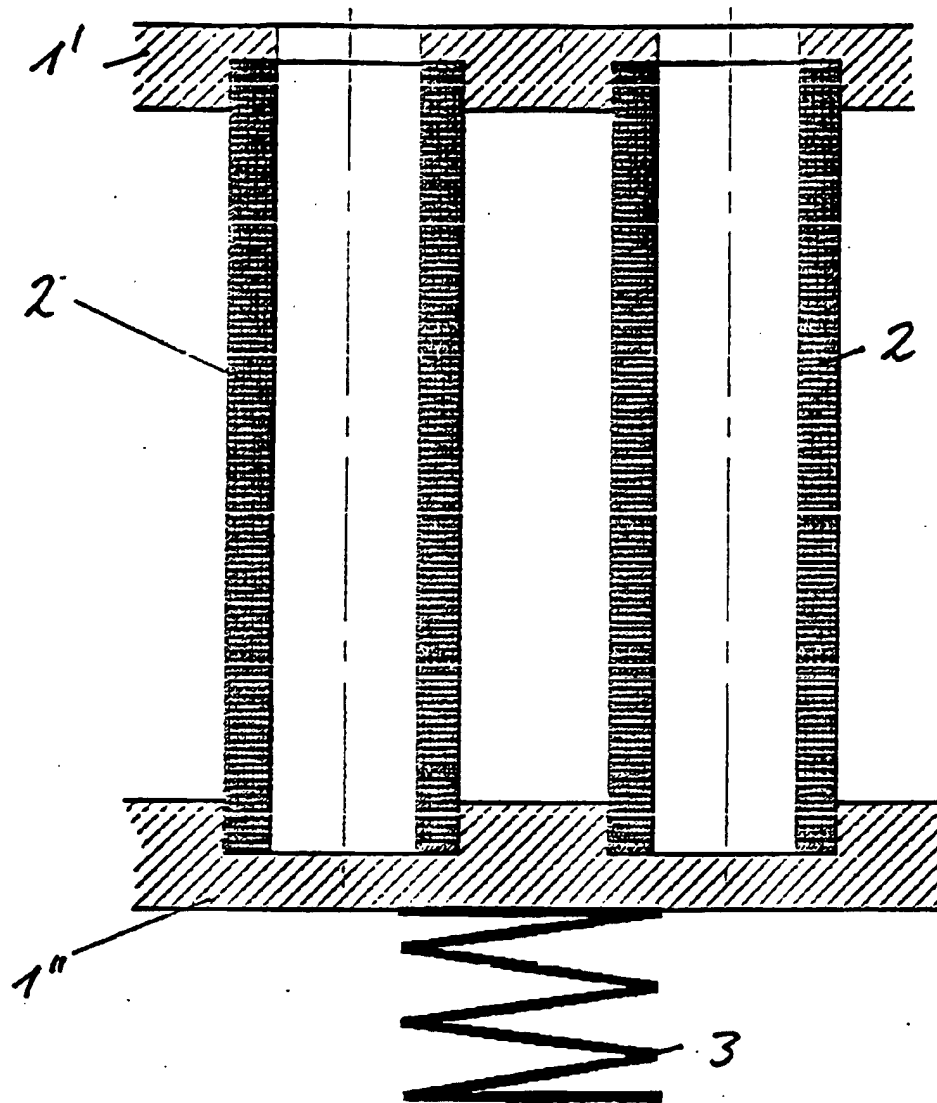


Fig. 2

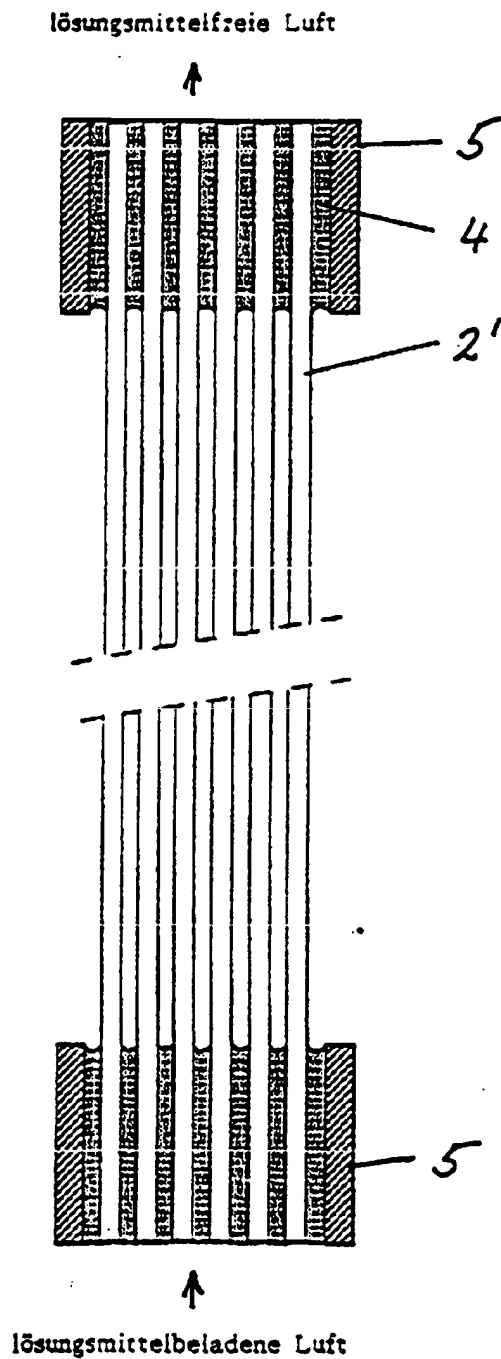


Fig. 3

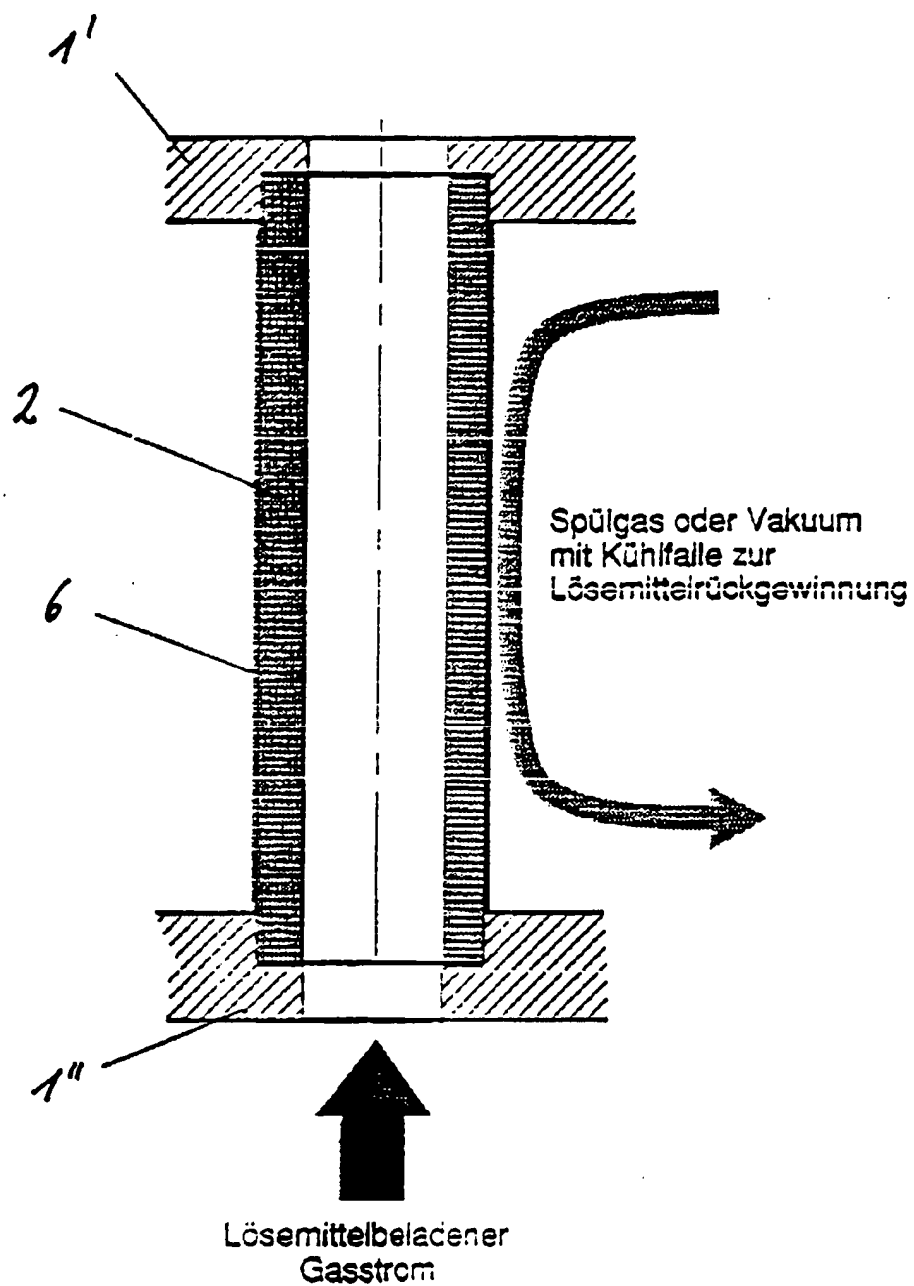


Fig. 4